

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **08-209174**(43)Date of publication of application : **13.08.1996**

(51)Int.Cl.

C10M141/12
// **(C10M141/12**
C10M137:00
C10M139:00)
C10N 20:00
C10N 40:04

(21)Application number : **07-325082**(71)Applicant : **ETHYL CORP**(22)Date of filing : **20.11.1995**(72)Inventor : **SRINIVASAN SANJAY**
SMITH DAVID W

(30)Priority

Priority number : **94 343289** Priority date : **22.11.1994** Priority country : **US****(54) POWER TRANSMISSION FLUID WITH ENHANCED PERFORMANCE CAPABILITY**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a power transmission fluid compsn. which has excellent low-temp. and high-temp. viscosity characteristics and a high shear stability from a base oil mainly comprising a mineral oil by compounding the base oil with specified amts. of specific additives.

SOLUTION: The power transmission fluid compsn. has an oil-sol. boron content of about 0.001-0.1 wt.%, an oil-sol. phosphorus content of about 0.005-0.2 wt.%, and an oil-sol. metal content (as a metal additive content) of 0 to about 100 ppm, contains at least about 50 wt.% hydrogenated mineral oil of about 55-125 N, about 5-40 wt.% hydrogenated poly- α -olefin oligomer fluid having a viscosity of about 2-6 cSt at 100° C, and about 5-20 wt.% soln. contg. an acrylic viscosity index improver, a seal expansion agent selected from an oil-sol. dialkyl ester and an oil-sol. sulfone, an oil-sol. ashless dispersant, an oil-sol. friction modifier, and an oil-sol. suppressant, and has such viscosity characteristics as a Brookfield viscosity of 13,000 cP or lower at -40° C.

LEGAL STATUS[Date of request for examination] **22.07.2002**

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-209174

(43) 公開日 平成8年(1996)8月13日

(51) Int. Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 0 M 141/12				
// (C 1 0 M 141/12				
137:00				
139:00)	A			
C 1 0 N 20:00	Z			

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平7-325082	(71) 出願人	391002328 エチル・コーポレーション ETHYL CORPORATION アメリカ合衆国バージニア州23219 リッ チモンド・サウスフォースストリート330
(22) 出願日	平成7年(1995)11月20日	(72) 発明者	サンジヤイ・スリニバサン アメリカ合衆国バージニア州23113ミドロ シアン・イーストブリッグストックロード 2910
(31) 優先権主張番号	3 4 3 2 8 9	(72) 発明者	デイビッド・ダブリュー・スミス アメリカ合衆国バージニア州23113リッチ モンド・ガスライトテラス412
(32) 優先日	1994年11月22日	(74) 代理人	弁理士 小田島 平吉
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		

(54) 【発明の名称】 増進した性能能力を有する力伝動流体

(57) 【要約】

【課題】 連続的な滑りモードで運転することができるトルクコンバータクラッチを備えた新しい世代の電子的に制御された自動変速装置に適した力伝動流体を提供することである。

【解決手段】 -40℃で13,000cP以下のブルックフィールド粘度、ASTM D-4683法において150℃で少なくとも2.6mPa・sの粘度、及びASTM D-5275のFISSTにおいて40サイクル後に100℃で少なくとも6.8cStの粘度を有する力伝動流体が述べられる。これは、特定の割合での特別な基礎油及び添加剤成分の使用によって達成される。これまでの評価は、評価された組成物は、連続的な滑りモードで運転することができるトルクコンバータクラッチを備えた新しい世代の電子的に制御された自動変速装置のために元の装置製造業者によって必要と見なされた性能特性の組み合わせを有することを示す。

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

【特許請求の範囲】

【請求項1】 重量基準で、約0.001～約0.1%の油性ホウ素含量、約0.005～約0.2%の油性リン含量、及び金属添加剤含量無し又は約100ppmよりも大きくない一種以上の金属含有添加剤としての油性金属含量のどちらかを有する力伝動流体組成物であって、

a) 前記組成物の総重量を基にして少なくとも約50重量%の、約55N～約125Nの範囲の一種以上の水素処理された鉱油、

b) 前記組成物の総重量を基にして約5～約40重量%の、100℃で約2～約6cStの範囲の粘度を有する水素化されたポリ- α -オレフィンオリゴマー流体、

c) 活性成分基準で、前記組成物の総重量を基にして約5～約20重量%の、不活性溶媒中の溶液の形のアクリルの粘度指数向上剤、

d) 効果的なシール膨張量の、油性ジアルキルエステル、油性スルホン、及びこれらの混合物から選ばれた少なくとも一種のシール膨張剤、

e) 分散剤量の少なくとも一種の油性の灰分無しの分散剤、

f) 摩擦改質量の少なくとも一種の油性摩擦改質剤、並びに

g) 泡抑制剤、銅腐食抑制剤、さび抑制剤、及び酸化抑制剤から成る群から選ばれた油性抑制剤を含んで成り、しかも(1) -40℃で13,000cP以下のブルックフィールド粘度、(2) ASTM D-4683法において150℃で少なくとも2.6mPa.sの粘度、及び(3) ASTM D-5275のFISSTにおいて40サイクル後に100℃で少なくとも6.8cStの粘度を有するという条件がある組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【技術分野】 本発明は、増進した性能能力の油ベースの力伝動流体組成物、殊に自動変速装置流体に関する。

【0002】

【背景】 連続的な滑りモードで運転することができる電子的に制御されたトルクコンバータクラッチを備えた新しい力伝動装置例えば自動変速装置の絶えざる開発は、元の装置製造業者によって求められる性能要件に合致することができる新しい自動変速装置流体に対する常に増加する需要を引き起こす。例えば、多数の性能要件ばかりでなくまた一連の物理的特性パラメーター例えば高温及び低温での優れた粘度特性(viscometrics)、並びにASTM D-4683法(Savant Viscosity Loss Trapezoidal Method)及び以前はASTM D-3945b法として知られていたASTMD-5275法(FISST又はFuel Injector Shear Stability Test)によって反映される

ような極めて高い剪断安定性を含む多数の規格に合致することができる自動変速装置流体に対するニーズが生じた。

【0003】

【本発明】 環境上のそして経済的な観点から有利である自動変速装置流体を同時に供給しながら上述のニーズを満たすことが可能であることが見いだされた。本発明によれば、金属を殆ど又は全く含まない流体が提供され、そして存在する場合にも少量の金属は典型的には有害な金属例えばカルシウムである。同時に、ある種の合成基礎油はそれらが全体としての製品に寄与することができる特性のためにこのような流体における使用にとって望ましいけれども、それらは比較的高価である傾向がある。しかしながら、本発明は、基礎油の主な量が鉱物起源のものである流体において優れた性能の達成を可能にし、それによってコストを最小にする。

【0004】 本発明によれば、重量基準で、約0.001～約0.1%の油性ホウ素含量、約0.005～約0.2%の油性リン含量、及び金属添加剤含量無し又は約100ppmよりも大きくない一種以上の金属含有添加剤としての油性金属含量のどちらかを有する力伝動流体組成物であって、

a) 前記組成物の総重量を基にして少なくとも約50重量%の、約55N～約125Nの範囲の一種以上の水素処理された鉱油、

b) 前記組成物の総重量を基にして約5～約40重量%の、100℃で約2～約6cStの範囲の粘度を有する水素化されたポリ- α -オレフィンオリゴマー流体、

c) 活性成分基準で、前記組成物の総重量を基にして約5～約20重量%の、不活性溶媒中の溶液の形のアクリルの粘度指数向上剤、

d) 効果的なシール膨張量の、油性ジアルキルエステル、油性スルホン、及びこれらの混合物から選ばれた少なくとも一種のシール膨張剤、

e) 分散剤量の少なくとも一種の油性の灰分無しの分散剤、

f) 摩擦改質量の少なくとも一種の油性摩擦改質剤、並びに

g) 泡抑制剤、銅腐食抑制剤、さび抑制剤、及び酸化抑制剤から成る群から選ばれた油性抑制剤を含んで成る組成物が提供される。加えて、上で述べた成分は、仕上げられた組成物が、(1) -40℃で13,000cP以下のブルックフィールド粘度、(2) ASTM D-4683法において150℃で少なくとも2.6mPa.sの粘度、及び(3) ASTM D-5275のFISSTにおいて40サイクル後に100℃で少なくとも6.8cStの粘度を有するように選ばれそして合わせられる。

【0005】 この流体組成物は重量基準でゼロ～約100ppm(百万分の一)未満の金属を含むけれども、本

発明の組成物は、ホウ素又はリン又はホウ素とリンの組み合わせを含む一種以上の成分を確かに含むことが上のことから理解されるであろう。なお、これらの元素は、勿論、金属とは分類されない。同様に、シリコン泡抑制剤の形で少量のケイ素が組成物中に存在しても良く、そして好ましくは存在する。

【0006】本発明の流体組成物の基礎油は合成潤滑油の代わりに鉱物起源の油が主体であるという事実にも拘わらず、これらの流体組成物は、優れた低温及び高温粘度特性を有し、そして高い剪断安定性を有する。これは、部分的には、本発明に従って使用される鉱油が水素化処理された鉱油であるので可能になる。その他の寄与する要因は、本発明の組成物中で使用される特別なポリ- α -オレフィンオリゴマー流体及びアクリルの粘度指数向上剤の特徴である。手短に言えば、上で述べた割合の本明細書中で説明した成分a)、b)及びc)の統一は、これらの極めて重要な高温及び低温粘度並びに剪断安定性特性を達成することを可能にする。

【0007】先行の一般目的の潤滑剤組成物、クランクケース潤滑剤組成物、ギア潤滑剤組成物、金属加工流体組成物、切削油流体組成物、滑り路潤滑剤組成物、手動変速装置流体組成物、変圧器油組成物、液圧流体などは本発明の実施において使用することはできないことを記すことは重要である。達成されなければならないそして本発明に従って達成された性能パラメータは、このような他の目的のための使用のためにデザインされ、使用され又は示唆された、このような組成物のどれによっても実現することはできない。本発明は、当該技術において潤滑及び力伝動流体の全分野における最も複雑な領域を多分構成すると一般的には見なされる領域である、高度に特殊化された自動変速装置流体組成物を含む。かくして、本発明の組成物は、最大の利用性があるものであり、そして殊に自動変速装置流体としての使用のために、そして殊に連続的な滑りモードで運転することができる電子的に制御されたトルクコンバータークラッチを備えた新しい世代の自動変速装置と一緒に使用のために適している。本発明の組成物はまた液圧流体としても使用することができるが、本発明の組成物の優れた性能能力のすべてはこのような用途のためには必要ではない。

【0008】好ましくは、本発明の組成物中で使用される灰分無しの分散剤は、リン含有分散剤、そして更に好ましくはホウ素及びリン含有分散剤である。一つの実施態様においては、仕上げされた流体の全部のリン及びホウ素含量は、ホウ素及びリン含有分散剤、例えばホウ素及びリン含有スクシンイミド分散剤、ホウ素及びリン含有マンニヒ塩基分散剤、又は類似物によって供給される。もう一つの実施態様においては、仕上げされた流体の全部のホウ素含量は、ホウ素及びリン含有分散剤によって供給され、一方リン含量は、一部はホウ素及びリン含有分散剤によって、そして一部は分散剤ではない金属

を含まない油溶性の窒素及びリン含有耐摩耗/極端圧力剤 (antiwear/extreme pressure agent) 例えばアミンホスフェート又は類似物によって供給される。この後者の実施態様においては、仕上げされた流体中のリン含量の主な量が分散剤によって供給され、そして少ない量が分散剤ではない耐摩耗/極端圧力剤によって供給されるようにこれらの成分を釣り合わせる事が殊に好ましい。

【0009】仕上げされた組成物は、好ましくは、上で述べたすべての抑制剤の組み合わせを含む。かくして、好ましい組成物は、少なくとも一種の泡抑制剤、少なくとも一種の銅腐食抑制剤、少なくとも一種のさび抑制剤、及び少なくとも一種の酸化抑制剤を含む。各々のこのような抑制剤のタイプは、そのタイプの一種以上の個々の成分物質から成るかどうかにかかわらず、そのためにそれが選ばれた機能的性能を与えるのに少なくとも十分である量で存在する。かくして、この好ましい実施態様によれば、仕上げされた流体は、泡抑制量の一種以上の泡抑制剤、銅腐食抑制量の一種以上の銅腐食抑制剤、さび抑制量の一種以上のさび抑制剤、及び酸化抑制量の一種以上の酸化抑制剤を含むであろう。これらの成分を選ぶ際には、成分がお互いに相互に適合性であること、それらのどれもが全部の仕上げされた流体組成物の性能能力を顕著には落とさず又はそれらと干渉しないことを確実にすることが重要である。

【0010】これに関連して、他の抑制剤成分を使用することもできるけれども、好ましい組成物は、油溶性抑制剤が少なくとも一種の2, 5-ビス (アルキルジチオ) -1, 3, 5-チアジアゾール、少なくとも一種の環アルキル化ジフェニルアミン、少なくとも一種の立体的に障害を受けたtert.-ブチルフェノール、少なくとも一種のカルシウム硫化アルキルフェネート、少なくとも一種のアルキルオキシプロピルアミン、少なくとも一種のエチレンオキシド-プロピレンオキシドコポリマー状界面活性剤、少なくとも一種の脂肪族モノカルボン酸、少なくとも一種のアルキルグリコールノニオン界面活性剤、及びシリコン泡抑制剤を含む組成物である。

【0011】本発明の組成物は、好ましくは、N-脂肪族ヒドロカルビル置換基がアセチレン性不飽和を含まないそして14~20個の炭素原子を有する少なくとも一種の直鎖脂肪族ヒドロカルビル基である少なくとも一種のN-脂肪族ヒドロカルビル置換されたジエタノールアミンを含む。特に好ましい組成物は、N-脂肪族ヒドロカルビル基がアセチレン性不飽和を含まないそして約14~約20個の炭素原子を有する少なくとも一種の直鎖脂肪族ヒドロカルビル基である少なくとも一種のN-脂肪族ヒドロカルビル置換されたトリメチレンジアミン、又はヒドロキシアルキル基が2~約4個の炭素原子を含み、そして脂肪族基が約10~約25個の

炭素原子を含む非環状ヒドロカルビル基である少なくとも一種のヒドロキシアルキル脂肪族イミダゾリンを更に含む組成物である。

【0012】本発明のこれらの及びその他の実施態様及び特徴は、引き続き説明及び添付の請求の範囲からなお更に明らかになるであろう。

【0013】成分a)

上で記したように、本発明の油性液体の主な量は、約55N～約125Nの範囲に入る水素化処理された鉱物基礎油から作られる。このタイプの油は、それらの鉱油精製操作において水素化処理を利用する商業的な石油精製業者から得ることができる。このような物質の例は、例えば、PetroCanada Limitedから入手できる60N、80N及び100N鉱油である。水素化処理された油は、典型的には、減少した含量の不純物例えば硫黄、窒素、酸素及び金属を有することによって特徴付けられる。また、水素化処理は、油中の不飽和化合物例えばオレフィンを飽和化合物に転換させる。中程度の又は比較的高い厳しさにて実施する時には、水素化処理は、基礎原料からワックスを除去することができ、そしてそれによってその流動点を下げる。本発明の実施において使用される水素化処理された基礎油は、実質的にワックスを含んではならない。

【0014】水素化処理された油は、高い水素圧力でそして活性ゼオライト触媒の存在下で実施される2段階水素化処理方法を使用して真空ガス油留分から作ることができる。このような処理の様相は、米国特許第3,493,493号、第3,562,149号、第3,761,388号、第3,763,033号、第3,764,518号、第3,803,027号、第3,941,680号及び第4,285,804号中に述べられている。このタイプの典型的な方法の第一段階においては、水素圧力は20MPaの近くにありそして温度は約390℃で維持され、シリカアルミナ支持体上のフッ素化Ni-W触媒を使用する。この段階においては、酸素、窒素、及び硫黄含有化合物が、殆ど完全に原料から除去される。加えて、芳香族化合物の高度の飽和、並びに多環式中間体の高度の環切断が起きる。第一段階からの潤滑油留分は、脱ワックスされそして触媒例えばシリカアルミナ支持体上のNi-Wの存在下での更なる水素処理にかけられる。この段階においては、水素処理は、第一段階におけるよりも低い温度で実施される。この操作は、芳香族化合物及びオレフィンの更なる飽和をもたらす。このやり方で製造された水素化処理された油は、硫黄又は窒素を殆ど含まず、そして僅かに痕跡量の芳香族化合物を含むに過ぎない。生成した水素化処理油は、殆ど完全に飽和化合物、例えばパラフィン及びシクロパラフィンから成る。

【0015】成分b)

この成分は、約2～約6cStの範囲の100℃での粘

度を有する一種以上の水素化されたポリ-α-オレフィンオリゴマー流体である。このような流体は、分子中に6～20そして好ましくは8～16個の炭素原子を有する1-アルケン炭化水素のオリゴマー化、及び生成したオリゴマーの水素化によって生成される。1-デセンから生成された水素化オリゴマーが特に好ましい。

【0016】このような液状オリゴマー状の1-アルケン炭化水素の製造方法は、知られていてそして文献中に報告されている。例えば、米国特許第3,763,244号、第3,780,128号、第4,172,855号、第4,218,330号及び第4,950,822号を参照せよ。加えて、このタイプのそして適切な粘度グレードの水素化1-アルケンオリゴマーは、商業的な製品として、例えば、Albemarle CorporationからDURASYNという商標の下で入手できる。適切な1-アルケンオリゴマーはまた、他の供給業者からも入手できる。

【0017】以下に表示するのは、1-デセンから作られたこのタイプの製品の典型的な組成及び特性に関するデータである。これらの表においては、典型的な組成をGCによる正規化された面積のパーセントによって表し、そして“n. d.”は“測定しなかった”を意味する。

【0018】2センチストークのポリ-α-オレフィン油:

組成 - モノマー 0.4、ダイマー 90.7、トリマー 8.3、テトラマー 0.6。

【0019】特性 - 100℃での粘度: 1.80cSt; 40℃での粘度: 5.54cSt; -18℃での粘度: n. d.; -40℃での粘度: 306cSt; 流動点: -63℃; 引火点 (ASTM D92): 165℃; NOACK揮発減量: 99%。

【0020】4センチストークのポリ-α-オレフィン油:

組成 - トリマー 82.7、テトラマー 14.6、ペンタマー 2.7。

【0021】特性 - 100℃での粘度: 4.06cSt; 40℃での粘度: 17.4cSt; -18℃での粘度: n. d.; -40℃での粘度: 2490cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 224℃; NOACK揮発減量: 12.9%。

【0022】6センチストークのポリ-α-オレフィン油:

組成 - トリマー 32.0、テトラマー 43.4、ペンタマー 21.6、ヘキサマー 3.0。

【0023】特性 - 100℃での粘度: 5.91cSt; 40℃での粘度: 31.4cSt; -18℃での粘度: n. d.; -40℃での粘度: 7877cSt; 流動点: -63℃; 引火点 (ASTM D92): 235℃; NOACK揮発減量: 7.5%。

【0024】2センチストーク及び4センチストークのポリ-α-オレフィン油の75/25ブレンド:

組成 - モノマー 0.3、ダイマー 66.8、トリマー 27.3、テトラマー 4.8、ペンタマー 0.8。

【0025】特性 - 100℃での粘度: 2.19 cSt; 40℃での粘度: 7.05 cSt; -18℃での粘度: 84.4 cSt; -40℃での粘度: 464 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 166℃; NOACK揮発減量: 78.2%。

【0026】2センチストーク及び4センチストークのポリ-α-オレフィン油の50/50ブレンド:

組成 - モノマー 0.2、ダイマー 44.7、トリマー 45.9、テトラマー 7.6、ペンタマー 1.3、ヘキサマー 0.3。

【0027】特性 - 100℃での粘度: 2.59 cSt; 40℃での粘度: 9.36 cSt; -18℃での粘度: 133 cSt; -40℃での粘度: 792 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 168℃; NOACK揮発減量: 57.4%。

【0028】2センチストーク及び4センチストークのポリ-α-オレフィン油の25/75ブレンド:

組成 - モノマー 0.1、ダイマー 23.1、トリマー 62.7、テトラマー 11.5、ペンタマー 2.1、ヘキサマー 0.5。

【0029】特性 - 100℃での粘度: 3.23 cSt; 40℃での粘度: 12.6 cSt; -18℃での粘度: 214 cSt; -40℃での粘度: 1410 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 190℃; NOACK揮発減量: 30.8%。

【0030】4センチストーク及び6センチストークのポリ-α-オレフィン油の95/05ブレンド:

組成 - ダイマー 0.5、トリマー 78.4、テトラマー 15.6、ペンタマー 3.7、ヘキサマー 1.8。

【0031】特性 - 100℃での粘度: 4.15 cSt; 40℃での粘度: 17.9 cSt; -18℃での粘度: n. d.; -40℃での粘度: 2760 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 225℃; NOACK揮発減量: 10.5%。

【0032】4センチストーク及び6センチストークのポリ-α-オレフィン油の90/10ブレンド:

組成 - ダイマー 0.3、トリマー 76.0、テトラマー 17.0、ペンタマー 4.7、ヘキサマー 2.0。

【0033】特性 - 100℃での粘度: 4.23 cSt; 40℃での粘度: 18.4 cSt; -18℃での粘度: n. d.; -40℃での粘度: 2980 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 228℃; NOACK揮発減量: 11.4%。

【0034】4センチストーク及び6センチストークのポリ-α-オレフィン油の80/20ブレンド:

組成 - ダイマー 0.3、トリマー 71.5、テトラマー 19.4、ペンタマー 6.5、ヘキサマー 2.3。

【0035】特性 - 100℃での粘度: 4.39 cSt; 40℃での粘度: 19.9 cSt; -18℃での粘度: n. d.; -40℃での粘度: 3240 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 227℃; NOACK揮発減量: 9.2%。

【0036】4センチストーク及び6センチストークのポリ-α-オレフィン油の75/25ブレンド:

組成 - ダイマー 0.7、トリマー 69.0、テトラマー 21.0、ペンタマー 7.3、ヘキサマー 2.0。

【0037】特性 - 100℃での粘度: 4.39 cSt; 40℃での粘度: 20.1 cSt; -18℃での粘度: 436 cSt; -40℃での粘度: 3380 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 226℃; NOACK揮発減量: 14.2%。

【0038】4センチストーク及び6センチストークのポリ-α-オレフィン油の50/50ブレンド:

組成 - ダイマー 0.4、トリマー 57.3、テトラマー 27.4、ペンタマー 11.8、ヘキサマー 3.1。

【0039】特性 - 100℃での粘度: 4.82 cSt; 40℃での粘度: 23.0 cSt; -18℃での粘度: 544 cSt; -40℃での粘度: 4490 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 226℃; NOACK揮発減量: 12.5%。

【0040】4センチストーク及び6センチストークのポリ-α-オレフィン油の25/75ブレンド:

組成 - ダイマー 0.3、トリマー 45.3、テトラマー 33.4、ペンタマー 16.4、ヘキサマー 4.6。

【0041】特性 - 100℃での粘度: 5.38 cSt; 40℃での粘度: 26.8 cSt; -18℃での粘度: 690 cSt; -40℃での粘度: 6020 cSt; 流動点: <-65℃; 引火点 (ASTM D92): 250℃; NOACK揮発減量: 9.2%。

【0042】このタイプの水素化されたオリゴマーは、あるとしても極少量の残留エチレン性不飽和しか含まない。好ましいオリゴマーは、フリーデル-クラフツ触媒(殊に水又はC₁-20アルカノールによって促進された三フッ化ホウ素)の使用によって生成され、引き続いて上述の米国特許中で述べられているような手順を使用するこのようにして生成されたオリゴマーの接触水素化が行われる。

【0043】水素化すると適切な油性液体を与える、1-アルケン炭化水素のオリゴマーを生成させるために使

用することができる他の触媒システムは、チーグラー触媒例えば四塩化チタンと一緒にエチルアルミニウムセスキクロリド、アルミニウムアルキル触媒、シリカ又はアルミナ支持体上の酸化クロム触媒、及び三フッ化ホウ素触媒オリゴマー化に引き続いて有機ペルオキシドによる処理が行われるシステムを含む。

【0044】成分c)

この成分は、不活性溶媒、典型的には通常は厳しく精製された鉱油である鉱油溶媒中の溶液の形で供給されるアクリルの粘度指数向上剤である。受け取ったままの粘度指数向上剤溶液は、しばしば、200℃を越える沸点、及び25℃での1未満の比重を有するであろう。加えて、それは、仕上げされた組成物がASTM D-5275のFISST (Fuel Injector Shear Stability Test) において40サイクル後に100℃で少なくとも6.8cStの粘度を有するように十分な剪断安定性を有する。活性成分基準で(即ち、供給されたままの粘度指数向上剤に伴う不活性希釈剤又は溶媒の重量を除外して)、本発明の仕上げされた流体組成物は、通常は、約5〜約20重量%の範囲のポリマー状粘度指数向上剤を含むであろう。この範囲からの小さな逸脱は、特定の与えられた状況においては必要な又は望ましいとして頼られるであろう。

【0045】成分c)としての使用のために適切な専有の物質は、商品名: VISCOPLEX^(R) 5543、VISCOPLEX^(R) 5548、VISCOPLEX^(R) 5549、VISCOPLEX^(R) 5550、VISCOPLEX^(R) 5551及びVISCOPLEX^(R) 5151の下でROEHM GmbH (Darmstadt, ドイツ) から、そして商品名ACRYLOID^(R) 1277及びACRYLOID^(R) 1265Eの下でRohm and Haas Company (ペンシルバニアのフィラデルフィア) から入手できる。上述の製品の混合物もまた使用することができる。他の製造業者もまた成分c)としての使用のために必要とされる要求性能特性を有する粘度指数向上剤を有するかもしれないことはあり得ることである。このような製品の化学組成及び製造方法に関する詳細は、このような製品の製造業者によって商業上の秘密として維持されている。

【0046】好ましくは、アクリルの粘度指数は、約50〜約75重量%の範囲のポリマー含量及び約0.15〜約0.25重量%の範囲の窒素含量を有する炭化水素溶液として供給されるであろう。このような製品は、約35よりも高くない、好ましくは30以下の、そして最も好ましくは15以下の、ASTM試験方法D-3945aを使用する永久剪断安定性指数(PSSI値)を好ましくは示す。

【0047】成分d)

本発明の組成物中で使用されるシール膨張剤は、油性ジエステル、油性スルホン、及びこれらの混合物から

選ばれる。一般的に言って、最も適切なジエステルは、C₈〜C₁₃-アルカノール(又はこれらの混合物)のアジピン酸エステル、アゼライン酸エステル、及びセバシン酸エステル、並びにC₄〜C₁₃-アルカノール(又はこれらの混合物)のフタル酸エステルを含む。2以上の異なるタイプのジエステルの混合物(例えば、アジピン酸ジアルキル及びアゼライン酸ジアルキルなど)もまた使用することができる。このような物質の例は、アジピン酸、アゼライン酸、及びセバシン酸のn-オクチル、2-エチルヘキシル、イソデシル、及びトリデシルジエステル、並びにフタル酸のn-ブチル、イソブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、及びトリデシルジエステルを含む。

【0048】一般に等しい性能を与えることができるその他のエステルは、ポリオールエステル例えばEmery Group of Henkel CorporationからのEmery 2935、2936及び2939エステル、並びにHatco CorporationからのHatcol 2352、2962、2925、2938、2939、2970、3178及び4322ポリオールエステルである。

【0049】適切なスルホンシール膨張剤は、米国特許第3,974,081号及び第4,029,587号中に述べられている。Lubrizol 730添加剤(The Lubrizol Corporation)は、商業的に入手できるスルホンタイプのシール膨張剤であると理解される。典型的には、これらの製品は、仕上げされた流体中で約0.25〜約1重量%の範囲のレベルで用いられる。

【0050】好ましいシール膨張剤は、(1)アジピン酸、(2)セバシン酸、又は(3)フタル酸の油性ジアルキルエステルである。アジピン酸エステル及びセバシン酸エステルは、仕上げされた流体中で約4〜約15重量%の範囲の量で使用しなければならない。フタル酸エステルの場合には、仕上げされた流体中のレベルは、約1.5〜約10重量%の範囲に入らなければならない。一般的に言って、アジピン酸エステル、セバシン酸エステル又はフタル酸エステルの分子量が高ければ高いほど、上述の範囲内の扱い率もそれだけ高くなければならない。

【0051】成分e)

灰分無しの分散剤は、スクシンイミド、スクシンアミド、コハク酸エステル、コハク酸エステル-アミド、マニヒ生成物、長鎖のヒドロカルビルアミン、ポリオールエステル又は類似物を含む種々のタイプのもので良い。これらの中でも、スクシンイミドが本発明の実施における使用のために好ましい。

【0052】上述のタイプの灰分無しの分散剤の製造方法は、当業者には知られていてそして特許文献中に報告

10

20

30

40

50

されている。例えば、上述のタイプの種々の灰分無しの分散剤の合成は、U. S. 2, 459, 112; 2, 962, 442; 2, 984, 550; 3, 036, 003; 3, 163, 603; 3, 166, 516; 3, 172, 892; 3, 184, 474; 3, 202, 678; 3, 215, 707; 3, 216, 936; 3, 219, 666; 3, 236, 770; 3, 254, 025; 3, 271, 310; 3, 272, 746; 3, 275, 554; 3, 281, 357; 3, 306, 908; 3, 311, 558; 3, 316, 177; 3, 331, 776; 3, 340, 281; 3, 341, 542; 3, 346, 493; 3, 351, 552; 3, 355, 270; 3, 368, 972; 3, 381, 022; 3, 399, 141; 3, 413, 347; 3, 415, 750; 3, 433, 744; 3, 438, 757; 3, 422, 808; 3, 444, 170; 3, 448, 047; 3, 448, 048; 3, 448, 049; 3, 451, 933; 3, 454, 497; 3, 454, 555; 3, 454, 607; 3, 459, 661; 3, 461, 172; 3, 467, 668; 3, 493, 520; 3, 501, 405; 3, 522, 179; 3, 539, 633; 3, 541, 012; 3, 542, 680; 3, 543, 678; 3, 558, 743; 3, 565, 804; 3, 567, 637; 3, 574, 101; 3, 576, 743; 3, 586, 629; 3, 591, 598; 3, 600, 372; 3, 630, 904; 3, 632, 510; 3, 632, 511; 3, 634, 515; 3, 649, 229; 3, 697, 428; 3, 697, 574; 3, 703, 536; 3, 704, 308; 3, 725, 277; 3, 725, 441; 3, 725, 480; 3, 726, 882; 3, 736, 357; 3, 751, 365; 3, 756, 953; 3, 793, 202; 3, 798, 165; 3, 798, 247; 3, 803, 039; 3, 804, 763; 3, 836, 471; 3, 862, 981; 3, 936, 480; 3, 948, 800; 3, 950, 341; 3, 957, 854; 3, 957, 855; 3, 980, 569; 3, 991, 098; 4, 071, 548; 4, 173, 540; 4, 234, 435; 5, 137, 980及びRe 26, 433のような特許中で述べられている。

【0053】本明細書中使用する時には、“灰分無しの分散剤”という語は、分散剤が何ら金属成分を含まないことを意味する。上で明らかにしたように、分散剤はホウ素を含んで良く、そして好ましくはリンを含み、そして最も好ましくはホウ素及びリンの両方を含むが、これらの元素は勿論金属ではない。かくして、“灰分無しの分散剤”という語は、ホウ素及びリンのどちらか又は両方を含む分散剤を包含するが、このような分散剤は、熱的に分解された時に、ホウ素又はリン又は両者を含む

幾らかの残渣を残す可能性がある。

【0054】好ましい灰分無しの分散剤は、イミド基を形成することができる少なくとも一つの第一級アミノ基を有するアミンの一種以上のアルケニルスクシンイミドである。これらのアルケニルスクシンイミドは、慣用的な方法によって、例えばアルケニル無水コハク酸、アルケニルコハク酸、酸エステル、酸ハロゲン化物、又は低級アルキルエステルを少なくとも一つの第一級アミノ基を含むアミンと共に加熱することによって生成させることができる。アルケニル無水コハク酸は、ポリオレフィン及び無水マレイン酸の混合物を約180~220℃に加熱することによって容易に作ることができる。ポリオレフィン、好ましくは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)によって測定して約700~約2100の範囲の数平均分子量を有する、低級モノオレフィン例えばエチレン、プロピレン、イソブテン及び類似物のポリマー又はコポリマーである。アルケニル基の更に好ましいソースは、約800~約1800の範囲のGPC分子量を有するポリイソブテンからである。なお更に好ましい実施態様においては、アルケニル基は、約800~1200、そして最も好ましくは約900~1000の範囲のGPC数平均分子量を有するポリイソブテンから誘導されるポリイソブテニル基である。

【0055】マニツヒ塩基分散剤もまた、本発明の実施における使用のための高度に有用なタイプの灰分無しの分散剤である。

【0056】灰分無しの分散剤を生成させる際に用いることができるアミンは、反応してイミド基を形成することができる少なくとも一つの第一級アミノ基及び少なくとも一つの付加的な第一級若しくは第二級アミノ基及び／又は少なくとも一つのヒドロキシル基を有する任意のものを含む。二三の代表的な例は、N-メチルプロパンジアミン、N-ドデシルプロパンジアミン、N-エタノールプロピラジン、エタノールアミン、N-エタノールエチレンジアミン及び類似物である。好ましいアミンは、アルキレンポリアミン、例えばプロピレンジアミン、ジプロピレントリアミン、ジ(1, 2-エチレン)トリアミン、及びテトラ(1, 2-エチレン)ペンタミンである。

【0057】最も好ましいアミンは、式

$$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_n\text{H}$$

【式中、nは1~約10の整数である】によって表すことができるエチレンポリアミンである。これらは、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン及び類似物を含み、これらの混合物も含むが、その場合にはnは混合物の平均値である。これらの表されたエチレンポリアミンは、各々の末端に第一級アミノ基を有し、それ故モノアルケニルスクシンイミド及びビスアルケニルスクシンイミドを生成させること

ができる。商業的に入手できるエチレンポリアミン混合物は、通常は、少量の分岐した種及び環状の種例えばN-アミノエチルピペラジン、N, N'-ビス(アミノエチル)ピペラジン、N, N'-ビス(ピペラジニル)エタン及び類似の化合物を含む。好ましい商業的混合物は、ジエチレントリアミンないしテトラエチレンペンタミンに相当する範囲に入る大体の全体としての組成を有し、そして全体としての組成においてテトラエチレンペンタミンに一般的に相当する混合物が最も好ましい。

【0058】本発明における使用のために殊に好ましい灰分無しの分散剤は、適切な分子量のポリオレフィン、好ましくはポリイソブテンと不飽和ポリカルボン酸又は無水物、例えば無水マレイン酸、マレイン酸、フマル酸又は類似物及び二種以上のこのような物質の混合物との反応によって作られた炭化水素置換カルボン酸又は無水物とポリエチレンポリアミン、例えばトリエチレントラミン又はテトラエチレンペンタミンとの反応の生成物である。

【0059】灰分無しの分散剤がリンを含む時には、それは、それが耐摩耗／極端圧力剤並びに分散剤であるという点で多目的成分として役立つ。従って、リン含有、又はホウ素及びリン含有分散剤が使用される時には、それは、仕上げされた流体組成物の必要なリン含量のすべて又は一部を供給することができる。

【0060】リン又はホウ素又はリン及びホウ素の組み合わせを灰分無しの分散剤中に導入するために適切な方法は、知られていてそして特許文献中に報告されている。例えば、3, 087, 936; 3, 184, 411; 3, 185, 645; 3, 235, 497; 3, 254, 025; 3, 265, 618; 3, 281, 428; 3, 282, 955; 3, 284, 410; 3, 324, 032; 3, 338, 832; 3, 344, 069; 3, 403, 102; 3, 428, 561; 3, 502, 677; 3, 511, 780; 3, 513, 093; 3, 533, 945; 3, 623, 985; 3, 718, 663; 3, 865, 740; 3, 945, 933; 3, 950, 341; 3, 991, 056; 4, 093, 614; 4, 097, 389; 4, 428, 849; 4, 338, 205; 4, 428, 849; 4, 554, 086; 4, 615, 826; 4, 634, 543; 4, 648, 980; 4, 747, 971; 及び4, 857, 214のような米国特許を引用することができる。U.S. 4, 857, 214中に述べられている手順は、本発明の組成物の成分e)を生成させる際の使用のために殊に好ましい。

【0061】従って、リン及び／又はホウ素を含有する灰分無しの分散剤の一つの好ましいグループは、ジエチレントリアミンからペンタエチレンヘキサミンまでの範囲に入る大体の平均総括組成を有する環状及び非環状ポリエチレンポリアミンの混合物の脂肪族ヒドロカルビル

置換されたスクシンイミドから成り、このスクシンイミドは(1)リン含有スクシンイミド灰分無しの分散剤を生成させるために少なくとも一種のホスホリル化剤と、又は(2)ホウ素含有スクシンイミド灰分無しの分散剤を生成させるために少なくとも一種のホウ素化剤と、又は(3)リン及びホウ素含有スクシンイミド灰分無しの分散剤を生成させるために少なくとも一種のホスホリル化剤及び少なくとも一種のホウ素化剤と同時に又は任意の順序で加熱される。成分e)としての使用のために特に好ましい灰分無しの分散剤は、ホウ素化合物例えばホウ素酸(boron acid)、ホウ素エステル、酸化ホウ素又は類似物(好ましくはホウ酸)及び一種以上の無機リン化合物例えば酸又は無水物(好ましくは亜リン酸、 H_3PO_3)又はそれらの部分的な若しくは全体的な硫黄類似化合物と同時に又は任意の順序で加熱されてホウ素及びリンの両方を含む油性生成物を生成させた、上で述べたタイプの脂肪族ヒドロカルビル置換されたスクシンイミドである。部分的な又は全体的な硫黄類似化合物の使用はそれほど好ましくない。

【0062】“受け取ったままの基準での”(即ち、典型的にはそれに伴う不純物、希釈剤及び溶媒の重量を含む)灰分無しの分散剤の量は、一般には約1~約15重量%の範囲内、典型的には約1~約10重量%の範囲内、好ましくは約1~約6重量%の範囲内、そして最も好ましくは約2~約5重量%の範囲内である。

【0063】成分f)

本発明の組成物は一種以上の摩擦改質剤を含む。これらは、脂肪族アミン又はエトキシ化脂肪族アミン、脂肪族脂肪酸アミド、脂肪族カルボン酸、脂肪族カルボン酸エステル、脂肪族カルボン酸エステルアミド、脂肪族ホスホネート、脂肪族ホスフェート、脂肪族チオホスホネート、脂肪族チオホスフェートなどのような化合物を含み、ここで脂肪族基は、通常は、約8個よりも多い炭素原子を含み、その結果化合物を適切に油性にする。また適切なのは、一種以上の脂肪族コハク酸又は無水物をアンモニアと反応させることによって生成された脂肪族置換スクシンイミドである。

【0064】摩擦改質剤の一つの好ましいグループは、N-脂肪族ヒドロカルビル置換ジエタノールアミンから成り、ここで、N-脂肪族ヒドロカルビル置換基は、アセチレン性不飽和を含まないそして約14~約20個の範囲の炭素原子を有する少なくとも一種の直鎖脂肪族ヒドロカルビル基である。

【0065】特に好ましい摩擦改質剤システムは、少なくとも一種のN-脂肪族ヒドロカルビル置換ジエタノールアミン及び少なくとも一種のN-脂肪族ヒドロカルビル置換トリメチレンジアミンの組み合わせから成り、ここで、N-脂肪族ヒドロカルビル置換基は、アセチレン性不飽和を含まないそして約14~約20個の範囲の炭素原子を有する少なくとも一種の直鎖脂肪族ヒドロカル

ビル基である。この摩擦改質剤システムに関する一層の詳細は、両方ともOhtaniらによる米国特許第5,372,735号及び第5,441,656号中に述べられている。

【0066】もう一つの特に好ましい摩擦改質剤システムは、(1)少なくとも一種のジ(ヒドロキシアシル)脂肪族第三級アミン[ここで、ヒドロキシアシル基は、同一又は異なっていて、各々2〜約4個の炭素原子を含み、そして脂肪族基は、約10〜約25個の炭素原子を含む非環状ヒドロカルビル基である]、及び

(2)少なくとも一種のヒドロキシアシル脂肪族イミダゾリン[ここで、ヒドロキシアシル基は、2〜約4個の炭素原子を含み、そして脂肪族基は、約10〜約25個の炭素原子を含む非環状ヒドロカルビル基である]の組み合わせを基にしている。この摩擦改質剤システムに関する一層の詳細のためには、米国特許第5,344,579号を参照しなければならない。

【0067】一般的に言って、本発明の組成物は、約1.25重量%までの、そして好ましくは約0.05〜約1重量%の一種以上の摩擦改質剤を含むであろう。

【0068】成分g)

この成分は、通常は、異なる機能に役立つ複数の抑制剤成分から成るであろう。これらの抑制剤は、本発明の組成物において使用される一種以上の他の成分を付加的に含んで良い予備生成された添加剤パッケージとして導入することができる。その代わりに、これらの抑制剤成分は、個別に又は種々の補助組み合わせとして導入することもできる。量は妥当な限度内で変わることができるけれども、本発明の仕上げされた流体は、両方とも“受け取ったままの基準”で - 即ち、通常はそれらに伴う不活性物質例えば溶媒又は希釈剤の重量を含んで - 典型的には約6〜約15重量%そして好ましくは約7〜約13重量%の範囲の全抑制剤含量を有するであろう。

【0069】泡抑制剤は、本発明の組成物中の抑制剤成分としての使用のために適切な一つのタイプの抑制剤を形成する。これらは、シリコン、ポリアクリレート、界面活性剤及び類似物を含む。一つの適切なアクリル脱泡物質は、PC-1244(Monsanto Company)である。

【0070】銅腐食抑制剤は、本発明の組成物中への包含のために適切なもう一つの種類の添加剤を構成する。このような化合物は、チアゾール、トリアゾール及びチアジアゾールを含む。このような化合物の例は、ベンゾトリアゾール、トリルトリアゾール、オクチルトリアゾール、デシルトリアゾール、ドデシルトリアゾール、2-メルカプトベンゾトリアゾール、2,5-ジメルカプト-1,3,4-チアジアゾール、2-メルカプト-5-ヒドロカルビルチオ-1,3,4-チアジアゾール、2-メルカプト-5-ヒドロカルビルジチオ-1,3,4-チアジアゾール、2,5-ビス(ヒドロカルビルチ

オ)-1,3,4-チアジアゾール及び2,5-ビス(ヒドロカルビルジチオ)-1,3,4-チアジアゾールを含む。好ましい化合物は、多数のものが商業的な製品として入手できる1,3,4-チアジアゾール類、そしてまたトリアゾール例えばトリルトリアゾールと1,3,5-チアジアゾール例えば2,5-ビス(アルキルジチオ)-1,3,4-チアジアゾールとの組み合わせである。開放市場で入手できるこれらのタイプの物質は、Cobratc TT-100及びHiTEC(R)4313添加剤(Ethyl Petroleum Additives, Inc.)を含む。1,3,4-チアジアゾールは、一般に、既知の手順によってヒドラジン及び二硫化炭素から合成される。例えば、米国特許第2,765,289号、第2,749,311号、第2,760,933号、第2,850,453号、第2,910,439号、第3,663,561号、第3,862,798号及び第3,840,549号を参照せよ。

【0071】さび又は腐食抑制剤は、本発明における使用のためのもう一つのタイプの抑制剤添加剤を構成する。このような物質は、モノカルボン酸及びポリカルボン酸を含む。適切なモノカルボン酸の例は、オクタン酸、デカン酸及びドデカン酸である。適切なポリカルボン酸は、トール油脂肪酸、オレイン酸、リノール酸又は類似物のような酸から製造されるようなダイマー及びトリマー酸を含む。このタイプの製品は、現在のところ、種々の商業的ソースから入手でき、例えば、ダイマー及びトリマー酸は、Humko Chemical Division of Witco Chemical CorporationによってHYSTRENEという商標の下でそしてHenkel CorporationによってEMPOLという商標の下で販売されている。本発明の実施における使用のためのもう一つの有用なタイプのさび抑制剤は、アルケニルコハク酸及びアルケニル無水コハク酸腐食抑制剤、例えばテトラプロペニルコハク酸、テトラプロペニル無水コハク酸、テトラデセニルコハク酸、テトラデセニル無水コハク酸、ヘキサデセニルコハク酸、ヘキサデセニル無水コハク酸及び類似物から成る。また有用なのは、アルケニル基中に8〜24個の炭素原子を有するアルケニルコハク酸とアルコール例えばポリグリコールとの半エステルである。その他の適切なさび又は腐食抑制剤は、エーテルアミン；酸ホスフェート；アミン；ポリエトキシル化合物例えばエトキシル化アミン、エトキシル化フェノール、及びエトキシルアルコール；イミダゾリン；アミノコハク酸又はそれらの誘導体、並びに類似物を含む。これらのタイプの物質は、商業上の製品として入手できる。このようなさび又は腐食抑制剤の混合物も使用することができる。

【0072】酸化抑制剤は、本発明の組成物中に好まし

くは含められるなもう一つのグループの抑制剤を構成する。これらの物質は、中でも、フェノール性酸化防止剤、芳香族アミン酸化防止剤、硫化フェノール性酸化防止剤、及び有機ホスファイトによって例示される。フェノール性酸化防止剤の例は、2, 6-ジ-tert.-n-ブチルフェノール、tert.-n-ブチル化フェノールの液体混合物、2, 6-ジ-tert.-n-ブチル-4-メチルフェノール、4, 4'-メチレンビス(2, 6-ジ-tert.-n-ブチルフェノール)、2, 2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert.-n-ブチルフェノール)、混合メチレン-架橋ポリアルキルフェノール、及び4, 4'-チオビス(2-メチル-6-tert.-n-ブチルフェノール)を含む。N, N'-ジ-sec.-n-ブチル-p-フェニレンジアミン、4-イソプロピルア*

*ミノジフェニルアミン、フェニル- α -ナフチルアミン、フェニル- β -ナフチルアミン、及び環アルキル化ジフェニルアミンは、芳香族アミン酸化防止剤の例として役立つ。最も好ましいのは、立体的に障害を受けたtert.-n-ブチル化フェノール、環アルキル化ジフェニルアミン及びこれらの組み合わせである。

【0073】使用される抑制剤成分の量は、成分の組成及び仕上げされた組成物中で使用される時のその有効性にある程度依存するであろう。しかしながら、一般的に言って、仕上げされた流体は、典型的には、以下の濃度(重量%)の抑制剤成分(活性成分基準)を含むであろう:

【0074】

【表1】

抑制剤	典型的な範囲	好ましい範囲
泡抑制剤	0~0.1	0.01~0.08
銅腐食抑制剤	0~1.5	0.01~1
さび抑制剤	0~0.5	0.01~0.3
酸化抑制剤	0~1	0.1~0.6

【0075】その他の成分

非常に少量のある種の金属含有洗剤例えばカルシウム硫化フェネートもまた使用することができる。しかしながら、上で記したように、油性フェネートが使用される場合には、それは、仕上げされた流体が約100ppmよりも多くない金属、そして好ましくは約50ppmよりも多くない金属を含むような割合にしなければならない。これらの硫化フェネートは、好ましくは、化学量論量のカルシウムを含む中性塩であり、そしてどんな場合にも約200mg KOH/gよりも大きくない全塩基数(TBN)を持たねばならない。

【0076】もう一つの好ましい実施態様においては、仕上げされた流体は、ただ二つの硫黄含有添加剤成分、即ち、(1)一種以上の油性カルシウム硫化アルキルフェネート及び(2)一種以上の油性1, 3, 5-チアジアゾール銅腐食抑制剤例えば2, 5-ビス(アルキルジチオ)-1, 3, 5-チアジアゾールを含むであろう。言い換えると、これらの好ましい組成物は、慣用的な硫黄含有耐摩耗添加剤例えば硫化オレフィン(硫化イソブチレンなど)、ジヒドロカルビルポリスルフィド、硫化脂肪酸、及び硫化脂肪酸エステルを含まない。

【0077】仕上げされた流体のリン含量がリン含有灰分無しの分散剤(又はホウ素及びリン含有灰分無しの分散剤)の使用によっては完全には供給されない時には、リン含量の残りは、好ましくは、一種以上のリン含有エステル又は酸エステル例えば油性有機ホスファイト、油性有機酸ホスファイト、油性有機ホスフェート、油性有機酸ホスフェート、油性ホスホルアミデート、及び油性ホスフェタンの組成物中への含入によって供給される。これらの例は、トリヒドロカルビルホス

フェート、トリヒドロカルビルホスファイト、ジヒドロカルビルホスフェート、ジヒドロカルビルホスホネート又はジヒドロカルビルホスファイト又はこれらの混合物、モノヒドロカルビルホスフェート、モノヒドロカルビルホスファイト、及び上述のものの任意の二種以上の混合物を含む。有機酸ホスフェートの油性アミン塩は、本発明の流体における使用のための補助のリン含有添加剤の好ましいカテゴリーである。任意の上述の化合物の硫黄含有類似化合物もまた使用することができるが、それほど好ましくはない。商業的に入手できる補助のリン添加剤として最も好ましいのは、Irgalub 349としてCiba-Geigy Corporationから入手できるアミンホスフェート耐摩耗/極端圧力剤である。

【0078】かくして、その実施態様の一つにおいては、本発明は、リン含有灰分無しの分散剤例えばスクシンイミド、ホウ素含有灰分無しの分散剤例えばスクシンイミド、並びに/又はリン及びホウ素含有灰分無しの分散剤例えばスクシンイミドを、(1)一種以上のリンの無機酸;又は(2)一種以上のリンの無機チオ酸;又は(3)一種以上のリンの無機酸の一種以上のモノヒドロカルビルエステル;又は(4)一種以上のリンの無機チオ酸の一種以上のモノヒドロカルビルエステル;又は(5)として(1)、(2)、(3)及び(4)の任意の二つ、若しくは任意の三つ若しくは四つすべての任意の組み合わせ;又は(1)、(2)、(3)、(4)及び(5)の任意のものの少なくとも一種の油性アミン塩又は錯体又は付加物から選ばれた少なくとも一種のリン含有物質と一緒に含む組成物を提供するが、前記アミンは、必要に応じて全部が又は一部が、(I)塩基性窒

素含有灰分無しの分散剤例えばスクシンイミド、又は (I I) ホウ素及び塩基性窒素含有灰分無しの分散剤例えばスクシンイミド、又は (I I I) リン及び塩基性窒素含有灰分無しの分散剤例えばスクシンイミド、又は (I V) リン、ホウ素及び塩基性窒素含有灰分無しの分散剤例えばスクシンイミド中のアミン部分である。

【0079】本発明の組成物のホウ素含量は、好ましくは、ホウ素含有灰分無しの分散剤又はホウ素及びリン含有灰分無しの分散剤の使用によって供給される。仕上げされた流体のホウ素含量がこのやり方では完全には供給されない時には、残りのホウ素含量は、好ましくは、一種以上の油性ホウ素エステル例えばホウ酸グリコール又はグリコールピボレーの組成物中への含入によって供給される。

【0080】染料、流動点降下剤、空気放出剤、及び類似物もまた、本発明の組成物中に含めることができる。

【0081】上述の添加剤の任意のものを選択する際には、各々の選択された成分が、流体組成物中に可溶性であり、組成物中の他の成分と適合性であり、そして全体としての仕上げされた流体組成物の必要な粘度又は剪断安定性特性と顕著には干渉しないことを確実にすることが重要である。

【0082】用いられる個々の成分は基礎流体中に別々にブレンドすることもできるし、又は所望の場合には種々の補助組み合わせ物としてその中にブレンドすることもできることが理解されるであろう。通常は、このようなブレンディングステップの特別な順序は重要ではない。更にまた、このような成分は希釈剤中の別々の溶液の形でブレンドすることもできる。しかしながら、添加剤濃厚物の形で、使用される添加剤成分をブレンドすることが好ましい。何故ならば、これは、ブレンディング操作を簡略化し、ブレンディングエラーの起こり易さを減らし、そして総括的濃厚物によって与えられる適合性及び溶解性の特徴の利点を活かすからである。

【0083】かくして、添加剤濃厚物は、すべての添加剤成分、並びに所望の場合には、幾つかの基礎油成分 a) 及び/又は b) を、上で述べた濃度と一致する仕上げされた流体ブレンドを生成させるような割合の量で含むように調合することができる。殆どの場合には、添加剤濃厚物は、濃厚物の取り扱い及びブレンディングを容易にするために、一種以上の希釈剤例えば軽油を含むであろう。かくして、約50重量%までの一種以上の希釈剤又は溶媒を含む濃厚物を、溶媒が仕上げされた力伝動流体組成物の低温及び高温及び引火点特徴並びに性能と干渉する量では存在しないという条件下で使用することができる。これに関連して、本発明に従って利用される添加剤成分は、このような成分から調合される添加剤濃厚物又はパッケージがASTM D-92試験手順を使用して170℃以上の引火点、そして好ましくは少な

くとも180℃の引火点を有するであろうように選びそして釣り合わせなければならない。

【0084】成分 a) 及び b) と一種以上の適切な粘度を有するその他の基礎油とのブレンドを利用することは、生成するブレンドが主な割合の成分 a) 及び b) の組み合わせを含み、そして本発明に従った使用のための必要な適合性、粘度特性、剪断安定性、及び性能基準を有するという条件下で、可能であると考えられるが望ましくはない。

【0085】このような潜在的に使用可能な潤滑粘度の補助の基礎油及び流体の例示は、合成エステル例えば混合C₉及びC₁₁ジアルキルフタレート (例えば、ICI Emkarate 911Pエステル油)、トリメチロールプロパントリオレエート、ジー (イソトリデシル) アジペート (例えば、BASF Glissoluid A13)、ペンタエリトリトールテトラヘパタノエート及び等価の合成基礎油である。同様に、必要な粘度パラメーターを有しそして水素化処理以外の処理によって製造されたある種の脱ワックスされた高度にパラフィン系の鉱油は、補助の基礎油として少量で使うことができる。しかしながら、すべての場合において、総括的な基礎油は、約55N〜約125Nの範囲の、好ましくは約55N〜約100Nの範囲の、そして最も好ましくは約60N〜約80Nの範囲の少なくとも約50重量% (そして最も好ましくは少なくとも約60重量%) の水素化処理された鉱油を含まなければならない、そして最善の結果のためには、これらの水素化処理された油は実質的にワックスを含んではならない。

【0086】

【実施例】本発明の実際及び利点を以下の例示の実施例によって説明するが、これらの実施例においては、すべての値は、“受け取ったままの基準”での重量%である。これらの実施例においては、成分 a) はPetro Canada 60N及び80N水素化処理鉱油の混合物から成り、成分 b) は4cStの水素化ポリ- α -オレフィンオリゴマー流体 (Durasyn 164) であり、成分 c) はViscoplex 5151であり、成分 d) は実施例1〜3においてはフタル酸ジブチルそして実施例5においてはアジピン酸ジイソオクチルであり、成分 e) は実質的に米国特許第4, 857, 214号の実施例1A中で述べられたようにして製造されたホウ素化されたそしてホスホリル化された予備ブレンド組成物であり、そしてシリコン流体は軽油中のポリ (ジメチルシロキサン) の4%溶液である。

【0087】実施例1〜10

表1及び2中に明記した割合で成分と一緒にブレンドすることによって、自動変速装置流体を生成させる。

【0088】

【表2】

表 1

Components	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
成 分 a) - 60N	33.515	33.495	33.53	33.505	35.72
成 分 a) - 80N	24.280	24.280	24.28	24.715	31.11
成 分 b)	22.00	22.00	22.00	22.00	12.00
成 分 c)	12.60	12.60	12.60	11.50	11.80
成 分 d)	2.00	2.00	2.00	2.25	4.00
成 分 e)	3.77	3.77	3.77	4.00	3.77
Ethomeen T-12	0.14	0.14	0.13	0.13	0.15
Duomeen O	0.005	0.005	--	0.005	--
Unamine O	--	--	--	0.01	0.01
Naugalube 438L	0.26	0.26	0.26	0.20	0.26
HiTEC® 4735	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
HiTEC® 4313	0.70	0.75	0.75	0.65	0.50
Irgalube 349	0.05	0.02	--	--	--
PC-1244	0.03	0.03	0.03	0.04	0.03
シリコーン流体	0.02	0.02	0.02	0.06	0.02
OLOA 216C	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
Mazawet 77	0.05	0.05	0.05	0.06	0.05
Tomah PA14	0.05	0.05	0.05	0.06	0.05
Pluronic L81	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01
オクタン酸	0.05	0.05	0.05	0.06	0.05
赤色染料	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
希釈剤油 - 45N	0.20	0.20	0.20	0.465	0.20

【0089】

【表3】

表 2

Components	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10
成分 a) - 60N	33.595	33.765	33.720	37.570	33.795
成分 a) - 80N	24.715	24.715	24.715	24.715	24.715
成分 b)	22.00	22.00	22.00	18.00	22.00
成分 c)	11.50	11.50	11.50	11.50	11.50
成分 d)	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25
成分 e)	4.00	3.77	3.77	4.00	3.77
Ethomeen T-12	0.12	0.14	0.12	0.12	0.13
Duomeen O	0.005	0.005	—	—	0.005
Unamine O	0.05	—	—	—	—
Naugalube 438L	0.20	0.26	0.30	0.40	0.26
HiTEC® 4735	0.20	0.20	0.30	0.20	0.20
HiTEC® 4313	0.65	0.65	0.55	0.50	0.55
PC-1244	0.02	0.03	0.04	0.02	0.03
シリコーン流体	0.02	0.02	0.06	0.02	0.06
OLOA 216C	0.05	0.05	0.04	0.05	0.05
Mazawet 77	0.05	0.05	0.04	0.05	0.05
Tomah PA14	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05
Pluronic L81	0.01	0.01	0.01	0.02	0.02
オクタン酸	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05
赤色染料	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
希釈剤油 - 45N	0.465	0.465	0.465	0.465	0.465

【0090】上の組成物の各々を評価はしなかったけれども、これまでのところ得られたすべての実験結果は、上述の実施例の組成物は、(1) - 40℃で13,000 cP以下のブルックフィールド粘度、(2) ASTM D-4683法において150℃で少なくとも2.6 mPa・sの粘度、及び(3) ASTM D-5275のFISSTにおいて40サイクル後に100℃で少なくとも6.8 cStの粘度を有するであろうことを示す。加えて、これまでの評価は、評価された組成物は、連続的な滑り運転のできるトルクコンバータクラッチを備えた新しい世代の電子的に制御された自動変速装置のために元の装置製造業者によって必要と見なされた性能特性の組み合わせを有することを示す。

【0091】例えば、現存のデータを基にすると、本発明の組成物は、Ford Engineering Material Specification WSP-M2CZAA-Aに従って実施した時に、低速SAE No. 2摩擦試験における摩擦係数対滑り速度のプロットにおいて正の勾配を示す能力を有する。即ち、100℃では、2rpmでの摩擦係数対20rpmでの摩擦係数の比は1未満であり、そして同様に、40rpmでの摩擦係数対120rpmでの摩擦係数の比もまた1未満である。更にまた、正の勾配の継続時間は、この試験においては少なくとも45時間の連続運転であることが見い出され、そして135時間という長い時間まで延長

された。

【0092】同様に、20,000サイクルを含むFord Engineering Material Specification WSP-M2CZAA-Aに従って実施したクラッチ摩擦耐久性試験においては、本発明の組成物は、SD 1777摩擦材料によって以下の結果を達成した：0.130～0.170の範囲に入る μ D値；0.110～0.155の範囲に入る μ S値（0.25秒で）；0.130～0.170の範囲に入る低速動摩擦値；0.90～1.16の範囲に入るS1/D値；及び0.70～1.0の範囲に入る、秒での停止時間。BW4400摩擦材料によっては、本発明の組成物は、上のクラッチ摩擦耐久性試験において以下の結果を達成した：0.110～0.135の範囲に入る μ D値；0.100～0.150の範囲に入る μ S値（0.25秒で）；0.120～0.155の範囲に入る低速動摩擦値；1.05～1.30の範囲に入るS1/D値；及び0.80～1.05の範囲に入る、秒での停止時間。

【0093】四ボール摩耗試験（ASTM D-4172）においては、本発明の組成物は、ミリメートルでの摩耗傷径に関して以下の結果を示した：100℃及び600rpmにおいては、0.40～0.61の範囲に入る摩耗傷；150℃及び600rpmにおいては、0.39～0.70の範囲に入る摩耗傷；100℃及び12

00rpmにおいては、0.40～0.57の範囲に入る摩耗傷；そして150℃及び1200rpmにおいては、0.40～0.64の範囲に入る摩耗傷。

【0094】本発明の組成物を使用してのFalex EP試験（ASTM D-3233）は、以下の結果を与えた：100℃及び1分においては、1,000～2,000lbsの範囲の値が達成された；そして150℃及び1分においては、同様に1,000～2,000lbsの範囲の値が達成された。

【0095】本発明の組成物を使用するTimken摩耗試験（ASTM D-2782）は以下の結果を与えた：91bの荷重の下で100℃で10分間そして91bの荷重の下で150℃で10分間では、筋（scoring）は観察されなかった。加えて、光沢（burnish）幅は、100℃の試験条件下では0.42～0.65mmの範囲に、そして150℃の試験条件下では0.46～0.73mmの範囲に入った。

【0096】FZGギア摩耗試験においては、本発明の組成物は、1,450rpmで15分間で以下の結果を与えた：100℃で、9段階合格～12段階合格；そして150℃で、11段階合格～12段階合格。

【0097】Ford Mercon^(R) SpecificationによるAluminum Beaker Oxidation Test (ABOT) を使用して、300時間後に以下の結果が達成された：ペンタン不溶物は十分に0.5重量%未満であった；IRカルボニル増加は20/cm以下であった；TAN増加は十分に4mg KOH/gサンプル未満であった；そして粘度増加は30%未満であった。

【0098】本明細書中で使用する時には、“油性”という語は、議論している物質が、物質がその意図された機能を果たすことができるために必要とされる最小濃度に少なくとも到達するように、本発明の基礎油に従って調合される特定の力伝動流体組成物中に20℃で十分に可溶性でなければならないことを意味する。好ましくは、物質は、これよりも実質的に大きい流体組成物中の溶解度を有するであろう。しかしながら、物質は、全部の割合で流体組成物中に溶ける必要はない。

【0099】本明細書中で上で引用した各々のそしていづれの米国特許文書も、本明細書中で全部が述べられたかのように引用によって本明細書中に組み込まれる。

【0100】本発明はその実施におけるかなりの変更を許すことは容易に明らかであろう。従って、本発明は本明細書中で上に提示された特定の例示によって限定されないことが意図される。むしろ、カバーされると意図されるものは、添付の請求の範囲の精神及び範囲内にある。

【0101】本発明の主なる特徴及び態様は以下の通りである。

【0102】1. 重量基準で、約0.001～約0.

1%の油性ホウ素含量、約0.005～約0.2%の油性リン含量、及び金属添加剤含量無し又は約100ppmよりも大きくない一種以上の金属含有添加剤としての油性金属含量のどちらかを有する力伝動流体組成物であって、

a) 前記組成物の総重量を基にして少なくとも約50重量%の、約55N～約125Nの範囲の一種以上の水素処理された鉱油、

b) 前記組成物の総重量を基にして約5～約40重量%の、100℃で約2～約6cStの範囲の粘度を有する水素化されたポリ- α -オレフィンオリゴマー流体、

c) 活性成分基準で、前記組成物の総重量を基にして約5～約20重量%の、不活性溶媒中の溶液の形のアクリルの粘度指数向上剤、

d) 効果的なシール膨張量の、油性ジアルキルエステル、油性スルホン、及びこれらの混合物から選ばれた少なくとも一種のシール膨張剤、

e) 分散剤量の少なくとも一種の油性の灰分無しの分散剤、

f) 摩擦改質量の少なくとも一種の油性摩擦改質剤、並びに

g) 泡抑制剤、銅腐食抑制剤、さび抑制剤、及び酸化抑制剤から成る群から選ばれた油性抑制剤を含んで成り、しかも(1) -40℃で13,000cP以下のブルックフィールド粘度、(2) ASTM D-4683法において150℃で少なくとも2.6mPa.sの粘度、及び(3) ASTM D-5275のFISSTにおいて40サイクル後に100℃で少なくとも6.8cStの粘度を有するという条件がある組成物。

【0103】2. 前記灰分無しの分散剤が、アルケニル基が約700～約2100の範囲のGPC数平均分子量を有するポリオレフィンから誘導されるアルケニルスクシンイミド分散剤を一種以上の無機リン化合物とそして一種以上のホウ素化合物と同時に又は任意の順序で本質的に固体を含まない組成物が形成される温度に加熱することを含んで成る方法によって生成されたホウ素及びリン含有スクシンイミド灰分無しの分散剤である、上記1記載の組成物。

【0104】3. 前記灰分無しの分散剤がホウ素及びリン含有分散剤であり、そして前記油性抑制剤が、少なくとも一種の2,5-ビス(アルキルジチオ)-1,3,5-チアジアゾール、少なくとも一種の環アルキル化ジフェニルアミン、少なくとも一種の立体的に障害を受けたtert.-ブチルフェノール、少なくとも一種のカルシウム硫化アルキルフェネート、少なくとも一種のアルキルオキシプロピルアミン、少なくとも一種のエチレンオキシド-プロピレンオキシドコポリマー-状界面活性剤、少なくとも一種の脂肪族モノカルボン酸、少なくとも一種のアルキルグリコールノニオン界面活性剤、及びシリコン泡抑制剤を含む、上記1記載の組成物。

【0105】4. 前記組成物を生成させる際に使用される一種以上の水素化処理された鉱油が水素化処理された60N鉱油及び水素化処理された80N鉱油の混合物から本質的に成り、そして前記組成物を生成させる際に使用される水素化されたポリ- α -オレフィンオリゴマー流体が100℃で約4 cStの粘度を有するポリ- α -オレフィンオリゴマー流体である、上記1から3のいずれか一つに記載の組成物。

【0106】5. 前記摩擦改質剤が、N-脂肪酸ヒドロカルビル置換基がアセチレン性不飽和を含まないそして14~20個の範囲の炭素原子を有する少なくとも一種の直鎖脂肪酸ヒドロカルビル基である少なくとも一種のN-脂肪酸ヒドロカルビル置換されたジエタノールアミンを含んで成る、上記1から4のいずれか一つに記載の組成物。

【0107】6. 前記摩擦改質剤が、N-脂肪酸ヒドロカルビル置換基がアセチレン性不飽和を含まないそして14~20個の範囲の炭素原子を有する少なくとも一種の直鎖脂肪酸ヒドロカルビル基である少なくとも一種のN-脂肪酸ヒドロカルビル置換されたジエタノールアミン；並びに(1) N-脂肪酸ヒドロカルビル基がアセチレン性不飽和を含まないそして約14~約20個の範囲の炭素原子を有する少なくとも一種の直鎖脂肪酸ヒドロカルビル基である少なくとも一種のN-脂肪酸ヒドロカルビル置換されたトリメチレンジアミン、又は(2) ヒドロキシアルキル基が2~約4個の炭素原子を含み、*

*そして脂肪酸基が約10~約25個の炭素原子を含む非環状ヒドロカルビル基である少なくとも一種のヒドロアルキル脂肪酸イミダゾリンを含んで成る、上記1から4のいずれか一つに記載の組成物。

【0108】7. 前記組成物が、少なくとも一種の分散剤ではない金属を含まない油溶性の窒素及びリン含有耐摩耗/極端圧力剤を更に含んで成り、そして前記リン含量が、前記ホウ素及びリン含有分散剤並びに前記耐摩耗/極端圧力剤によって与えられる、上記3記載の組成物。

【0109】8. 前記油溶性抑制剤が、(1) 約0.1~約1.0重量%の範囲で、少なくとも一種の2,5-ビス(アルキルジチオ)-1,3,5-チアジアゾール、及び(2) 約0.01~約0.1重量%の範囲で、カルシウム硫化アルキルフェネートを含み、そして上述の成分(1)及び(2)が前記組成物における他にはない硫黄含有添加剤成分である、上記1から7のいずれか一つに記載の組成物。

【0110】9. 前記シール膨張剤が(1) アジピン酸、(2) セバシン酸、又は(3) フタル酸の少なくとも一種のジアルキルエステルである、上記1から8のいずれか一つに記載の組成物。

【0111】10. 前記シール膨張剤がアジピン酸ジイソオクチル又はフタル酸ジブチルから本質的に成る、上記9記載の組成物。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

C10N 40:04

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所